

## BEST AVAILABLE COPY



特許庁  
 出願番号 第248226号  
 公開日 1972年4月27日

特 許 証

昭和48年 4月27日

特許庁長官 三 宅 幸 次 殿

1. 発明の名称  
 多官能系加剤

2. 発 明 者

位 所 アメリカ合衆国ニュージャージー州 08029  
 グラスボロー、フルフレッド・アベニュー 129番  
 氏 名 ジョン・チャールズ・エアー・サディ (外1名)

3. 特許出願人

位 所 アメリカ合衆国ニューヨーク州ニューヨーク市  
 イースト・フォーティセカンド・ストリート150番  
 名 称 (740) モービル・オイル・コーポレーション

代表者 チャールズ・エイ・ハググ

国 籍 アメリカ合衆国

4. 代 理 人

位 所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
 新大手町ビル206号室  
 電 話 東京(270) 6641番  
 氏 名 (2770) 弁理士 渡 辺 昭 三 (外1名)

48 045214

明 細 書

## 1. [ 発明の名称 ]

多官能系加剤

## 2. [ 特許請求の範囲 ]

有機溶剤と置換炭素環状置換化合物よりなる組成物にして、該置換炭素環状置換化合物は1-3個の結合基-N=C-N-[式中-N=C部分の窒素および炭素原子に付着した炭素原子価は置換炭素環状置換基の価であり、C-N-部分は該置換炭素環状置換基に付着した置換基を含む置換炭素環状置換基の一部であり、置換炭素環状置換基は3個の-N=C-N-基を含む場合少なくとも置換基の1つはアミノ基およびアミノ基よりなる群より選ばれる]を有することよりなる組成物。

## 3. [ 発明の詳細な説明 ]

⑨ 日本国特許庁  
 公開特許公報

⑪特開昭 49-22388  
 ⑬公開日 昭49.(1974) 2.27  
 ⑫特願昭 48-45212  
 ⑭出願日 昭48.(1973) 4.23  
 審査請求 未請求 (全12頁)

庁内整理番号

6575 4A  
 6794 4I  
 6865 4L

⑫日本分類

13B 893  
 18 E0  
 54 B101

本発明は組成物用の新規な多官能系加剤、特に連結した多官能系加剤を含む炭化水素媒体組成物に関する。

米国特許第3,172,892号および第

3,212,666号にはコハク酸化合物とポリアミンから誘導した炭素系加剤が開示され、米国特許第3,024,195号はアルケニルサクシンイミド、N-アルキルピペラジンを含む高粘度組成物を開示しており、米国特許第3,200,076号はアルケニル・コハク酸化合物とポリピペラジニルアルキレンとの化合物を開示し、米国特許第3,455,386号にはポリプロピニル・サクシンイミド誘導体が記載されている。米国特許第3,368,972号にはマンニンと塩基の製造について述べている。

## 特許第2238882号

これらの特許に記載された化合物は連結された分子を含んでいない。これらの化合物は潤滑剤として用いられることが知られているが、たとえば高圧高圧、長時間作動のエンジン潤滑油としてこれらの化合物は有効とは見えない。

グッチー外の米国特許第3,278,436号、グリンチー外の米国特許第3,374,173号およびグッチー外の米国特許第3,424,683号にはトリアジンとピリミジン化合物を開示している。しかし、これら特許のいずれも長鎖または重合体を複素環系に連結することを開示するものではない。

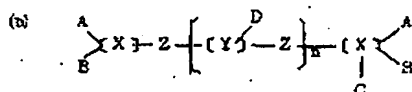
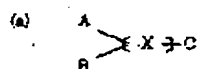
米国特許第3,623,985号はトリアジン核に結合したトリサクシンイミドを開示している。生成化合物は潤滑性能を有すると述べられている。

これらトリサクシンイミド置換のトリアジンは本発明によるトリサクシンイミドピリミジンまたはジサクシンイミドアミノピリミジンとトリアジンとの化合物、あるいは多重置換のトリアジンまたはピリミジンとは同一の化合物でない。

工業用固体および液体用の新穎な多官能添加剤は1またはそれ以上の置換含有置換基が複素性環素原子を通じて複素環系化合物に連結しており、その分子は1-3個の結合基 $-N=C-N-$ を含み、式中 $-N=C-$ 部分は複素環系の一部を成らし、 $C-N-$ 部分は複素環系と、アミノ基またはアミノ基またはそれらの誘導体またはアルケニルサクシンイミドまたはアルケニルまたはアルケニルラクトムまたはテトラヒドロピリジンから誘導された基またはマンニツヒ塩基の置換原子と

の間の価数 (bond) を成し、複素環系中に3個のこのような $-N=C-N-$ 結合基がある場合には少なくとも1個の $C-N-$ 部分はアミノまたはアミノまたは他の非サクシンイミドである。

本発明の添加剤は次記構造の何れかを有している。



式中各X、Yはピリジン、シアジン、(ピリダジン、ピリミジン、ピラジン)またはトリアジンから誘導した複素環系であり、(b)の場合は同一または異種でありうる。Zはアンモニア、アミンまたはジアミンまたはより高級のポリアミンから誘導

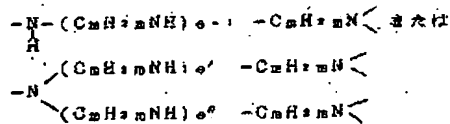
した二価基；nは0または少なくとも1以上、好ましくは1-10の整数であり；A、B、CおよびDは各々水素またはアルキル、アラキル、アルケニル、アリール、アルカリール、ヒドロキシアルキル、ヒドロキシアリール、カルボキシ、アルキルカルボキシ、ヒドロキシ、ホスホノ、ホスファート、スルホナト、メルカプト基または硫黄含有置換基であり、A、B、CまたはDの少なくとも1つが複素性置換基であるとすればA、B、CおよびDの有機基は1-約500個の炭素原子、好ましくは1-約100個の炭素原子をもつ。したがって上記の基はメチル、エチル、プロピル、デシル、オクタデシル、フスニトリール、ベンチル其他の低分子量の基またはポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン、ポリビニル、ポリス

特開昭49-22388(3)

ナレン等の重合体から誘導した高でありうる。こ  
うに言う炭素含有置換基には、アミノ、アエリノ、  
サタシンイミドアミノ、ラクタムアミノおよび其  
他で式

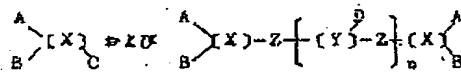
$$\begin{array}{c} -N-R \\ | \\ R' \end{array}$$

[式中、RおよびR'は各々水素、アルキル、アラ  
ルキルおよびヒドロキシアルキル、アリール、ヒ  
ドロキシアリール、アルカリールまたはR、R'  
の一方または両者がアルキレンポリアミノ基  
- (C<sub>m</sub>H<sub>2+mNH</sub>)<sub>o</sub>H (こゝにmは1-5の整数で  
あり、oは少なくとも1以上、好ましくは1-約  
10の整数である) であるか、または



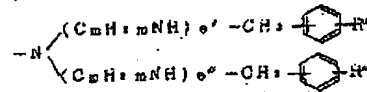
Dはo個のY基の各々に対し同一であるかまたは  
異なる。

本発明のより好ましい化合物は次記構造をもつ  
化合物である。



式中各XおよびYはビロジシ、ピリミジンまたは  
ドリフジンであり、A、BおよびCは炭素原子1  
-100個以上を有するアミノ、アエリノ、アル  
キルアミノまたはアルキルアエリノ即ちイミドア  
ミノ、ビス(イミド)アミノ、ラクタムアミノ、  
またはビス(ラクタム)アミノであり、Dはこれ  
らの基の1つであるかまたは水素であり、oは0  
-6、Zはイミノまたはアルキレンポリアミノ基  
である。

(式中Nはサタシンイミド、ラクタムまたはビ  
ロリジン基を表わし、o'およびoの合計は0  
-10である)の如きアルケニルサタシンイミド、  
アルキレン・アミノまたはアルキルラクタム・ア  
ルキレンアミノまたはアルキル・テトラヒドロピ  
ロリジン・アルキレンアミノであるか、またはア  
ルキルフェノール・メチレンアミノ(即ち炭素含有  
基、36&972号のヤンエツヒ塩基)。



(式中R''は好ましくは少なくとも8個以上の炭  
素原子をもつアルキル基)を有するものを含む。

前述の通り、(b)置の分子中の各XおよびYは同  
一であるかまたは異なっており、A、BおよびC  
は各X基に対し同一であるかまたは異なっており、

好ましくは、各X基上の少なくとも1つの置換  
基はアミノ基またはアルケニルサタシンイミドア  
ミノまたはビス(アルケニルサタシンイミド)ア  
ミノ基またはアルキルまたはアルケニルラクタム  
またはビロリジンアミノまたはビス(アルキルま  
たはアルケニルラクタムまたはビロリジン)アミ  
ノ基またはアルキル置換フェノールメチレンアミ  
ノまたはビス(フェノールメチレン)アミノ基  
(各基は各アルキルまたはアルケニル基中に少な  
くとも8個の炭素原子を有し且10,000個の炭  
素原子にかよぶ)またはこれらの基の組合せより  
成る。

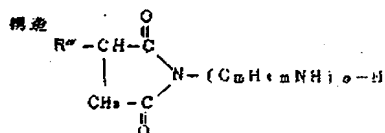
これら好ましい置換基のアルケニルおよびアル  
キル基は好ましくは炭素原子8-約300個、特  
に炭素原子20-200個を含む。

特開 昭49-223894

特に本発明の化合物は一般にハロゲン化炭素置換化合物即ちジ-またはトリクロロピリミジンまたはシアヌクロライドと所望の置換基を供給するために必要な反応体、少なくともその1つは塩基性窒素化合物である反応体と反応させて製造する。

(a)型化合物を製造するためにはアンモニア、第1アミン、ジアミンおよび高級ポリアミンを付加の炭素鎖結合を得るのに使用する。この置換反応は好ましくは0.5-1.5時間、温度70-250℃で行う。

複素環化合物として塩素化ピリミジンを利用本発明の典型的な化合物の製造を説明するため



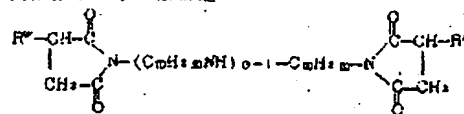
アミノ-ジ-サクシンイミドアミノ-ピリミジン  
はアミノ置換化合物を合成することによつて得られる。

(b)型添加剤を得るためには所望の置換反応環境に少なくとも1個のハロゲン原子を残す。

置換したモノ-ハロ炭素置換即ちモノクロロ-ジ-アルケニルサクシンイミドアミノピリミジンをアンモニアまたは第一アミンまたは好ましくはポリアルキレンポリアミン、 $\text{H}_2\text{N}-(\text{C}_6\text{H}_4)_m\text{NH}_2$ 、即ちエチレンポリアミン( $m=2$ )、エチレンジアミン( $m=1$ )、ジエチレントリアミン( $m=2$ )、トリエチレンテトラミン( $m=3$ )、テトラエチレンペンタミン( $m=4$ )等と反応させる。

置換ピリミジン対アミノまたはポリアミンのモル比2:1で反応混合物は前記(b)型の式( $m=0$ )を有するビス-(置換ピリミジン)を含有すると

を有するアルケニルサクシンイミドアミン(炭素置換原子)または構造



(式中 $\text{R}^m$ はアルケニル基であり、 $m$ および $o$ は前記定義による)を有するビス(アルケニルサクシンイミド)アミン(内炭素置換原子の1つ)の塩基性炭素原子の1つを塩化水素の存在を伴いピリミジンに結合させる。2つの反応体のモル比は(a)型化合物を製造するためには炭素置換原子のすべてを置換するので変動する。対応するアルキルラクタムまたはビス(アルキルラクタム)アミンおよび他のアミノまたはアミノ置換基は同様に添加できる。混合置換基をもつ化合物、たとえばモノ-

考えられる。

置換モノハロ炭素置換を予備形成したジアミノまたはジ(ポリアミノ)炭素置換化合物と2:1のモル比で反応させた場合最終反応生成物はトリス環状化合物( $m=1$ )を含むと考えられる。

別法としてアミノ基を含有する1または2の異なる置換炭素置換化合物をジハロ炭素置換化合物と反応させて混合トリス-環状生成物を製造できる。

上記からわかる通り、これらの反応順序を変え、または所望の最終の炭素置換反応体と塩基性窒素置換反応体を使用して非常に多環状の連結生成物が得られる。更に置換炭素置換化合物のアミノ連鎖を繰返へしてより多くの連結置換基を分子に付与させる。かくて生成化合物は非常に高分子量であり、添加剤活性とともに優れた耐熱性を有する。本発

特開 昭49-22388(5)

明の方法により100,000以上の分子量をもつ添加剤が得られる。

本発明の樹脂化合物の製造においては、必要要件ではないが2連結を与えるような好ましいポリアミンとの反応の前にA、B、CまたはD置換元素体の1つとハロゲン化複素塩化合物を反応させることが望ましい。たとえばトリクロロピリミジンとアンモニアまたはアミンまたはアクリンまたはサクシンイミドアミンまたはラクタムアミノまたはピロリジンアミン、またはマンニツヒ環素化合物との反応を好ましくは2連結を与えるポリアミンとの反応に先行させることである。

本発明の他の態様において、ハロゲン化複素塩化合物を予備形成アルケニルサクシンイミドまたはアルキルラクタムと反応させる代りに、複素塩

化合物を少なくとも2つの第1アミノ基をもつポリアミンと反応させ、次いで生成物にポリアミン化合物をアルケニルサクシン無水物またはラクトシを反応させて無水物またはラクトンのモル当り1モルの水を除去する。ポリアミンの末端第1アミノ基は内部基よりもより塩基性であり、イミドまたはラクタムを与えるものと考えられる。若しポリアミンが第2アミノ基を有する場合には生成物はアミンとなると考えられる。

これに反してビスアルケニルサクシンイミドアミンまたはビスラクトンアミン反応体との反応は内部基を2個含み原子の1つを含むものと考えられる。これらの最終生成物の実際の構造は全く知られていない。前記の反応順序が例示または例示化合物の製造に利用される。

アルケニルサクシンイミドアミン、アルキルラクタムアミン、アルキルピロリジンアミンおよびアルキル置換マンニツヒ環素の製造は本発明の重要部分ではない。サクシンイミドは米国特許第1,728,922号に記載されたように最初オレフィンと無水マレイン酸との間で反応させ、次いでその生成物をアミンと反応させて製造する。ラクタムアミンはラクトンとアミンの反応および最終生成物を生ずるための水の除去によつて製造する。テトラヒドロピロリジンはサクシンイミドおよびラクタムの還元または他の既知の方法により製造する。マンニツヒ環素は米国特許第3,368,972号記載のようにアルキルフェノール、アルデヒドおよびアミンの反応により製造される。

本発明の新規反応生成物は更に水および/または

は金属塩溶性溶媒で洗滌処理する。最終生成物中の金属の残留量は工業用樹脂中の生成物の機能を果たすのに支障のないことが判明した。実際これら生成物中の金属、たとえばアルカリ金属またはアルカリ土類金属即ちナトリウム、カリウム、リチウム、カルシウム、バリウム、マグネシウム、ストロンチウムまたは亜鉛、ニッケル、マンガンの約0.05-5重量%の存在は有益であり、この点に必要ではないが、わざと反応生成物に対し水酸化物、酸化物、炭酸塩、カーボキシレート、アルコラートまたは石炭酸塩または他のベース増粘剤の形態で金属を加えることが望ましい。

本発明の化合物の有効性は連結した高分子量化合物または重合体化合物の存在に依存するものと信じられる。付加的な置換基たとえば、アミノ、

特開 昭49-22388 (G)

アルキルアミノ、フェリノ基等の存在は重合体構造中に化学吸着性の安定な「アンカー」(anchor)基を提供する。これらの基は固体表面に対し強力な吸着を可能にし、たとえ媒体中に懸濁粒子を含むとしても工業用流体媒質と接触させた場合、これら添加剤は吸着された微細粒のみならずまた高い強度におけるより大きい安定性を与える。

洗淨性能は本発明の通絡構造物により増強されることが知られている。その上耐酸化性状は媒体媒質の高温沈積物形成を抑える。これら添加剤はまたある程度耐摩耗性状を与えると思われ且有機媒体性能の低下を防ぐための充分な水および酸分解度を有する。

本発明の添加剤は工業用流体の配合処方において単独で、または従来用いられた他の既知の添加

剤と組合せて用いられる。

下記実施例は本発明の好ましい態様を説明する目的のものであつて本発明の範囲を限定するものではない。

これらの実施例により製造した生成物はウオクスアソシエート透過クロマトグラフ (Waters Associates Permeation Chromatograph)、モデル 200 を室温で得られたベンゼン中、カラム 50/80Å, 80/100Å, 350/700Å および 700/2000Å を用いて操作するゲル透過クロマトグラフィーにより分析した。その手順はジャーナル・オブ・ケミカルエデュケーション、第 43 巻、頁 A 567 (1966) などの文献に記載されている。

これらの実施例中、主要成分は構造された名称

を以つて説明する。これら生成物の命名または描写は便宜上生成したと考えられる分子の型を記述する。

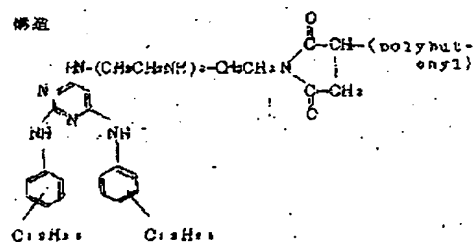
#### 実施例 1

攪拌機およびコンデンサーを備えた適切な反応器に 1.82g (0.1モル) の 2,4,6-トリクロロピリミジンおよび 5.2g (0.2モル) のドデシルアミンを加えた。混合物を 90 分間 150-180°C に加熱し、その間に塩化水素の発生は終わった。

この 2-(ドデシルアミノ) 2,4,6-トリクロロピリミジンに 2.0g (0.1モル) のテトラエチレンベンタインを加えた。反応混合物を 3 時間、190-210°C の温度で加熱し、次いで分子量 1.350 を有するポリブタンと無水マレイン酸を反応させて得た

1.35g (0.1モル) のポリブタンと無水マレイン酸を加えた。反応混合物を 5 時間、150-180°C で攪拌し、この間に凝縮水を除去した。水の凝縮が終わった後、真空および室温で乾燥し、150°C、1 時間保持して反応を停止した。最終反応生成物の収量は 1.70g であり、指定

構造



をもつ化合物を含む。

反応混合物はまた少量のナトリウムに溶解する化合物を含むものと考えられる。

## 特開昭49-22388の

N計算値：約5%

分析結果：N実測値：4.25%

## 実施例 2

実施例1と同様の装置に50g (0.165モル)の2,4,6-トリクロロピリミジンおよび970g (0.35モル)のテトラエチレンベンタミンのビス-ポリブタニルサクシンイミド(分子量約900のポリブタニル基をもつ)を加えた。

反応混合物を7時間、150-180℃に加熱し、冷却し、トルエン1500ccに溶解し、そして12.5% NaOH溶液200ccで2回、蒸留水250ccで2回洗滌した。洗滌中エマルジョンを解くためにローブタノールを用いた。

洗滌した材料は真空および常压下で2時間、150℃まで蒸留した。最終反応生成物の収量は

の収量は270g (理論量の96%)であり、下記の分析値をもつ。

計算値：N%, 2.6; 塩基性N%, 1.2; Cl%, 0

実測値：N%, 2.36; 塩基性N%, 0.98; Cl%, 0.15

## 実施例 4

実施例1と同様の反応器で52g (0.2モル)の2-アミノ-4,6-ジクロロピリミジンを、550g (0.2モル)の実施例2のビス-ポリブタニルサクシンイミドと170cc、2時間反応させた。この生成物に20g (0.1モル)のテトラエチレンベンタミンを加え、そして混合物を175-180℃において5時間加熱した。反応混合物は実施例2と同じように処理した。

主として(4)型のビス-置換-ピリミジニルアミン(但し $\chi = 0$ 、Aは-NH<sub>2</sub>であり、Bはビス-

940g (理論量の96%)であり、その主たる成分は2,4,6-トリ-置換ピリミジン(但し置換基はビス-サクシンイミド反応体から得られた)であると考えられる。

分析値：計算 N%, 2.2; 塩基性 N%, 1.1; Cl%, 0

測定 N%, 2.26; 塩基性N%, 0.97; Cl%, 0.17

## 実施例 3

反応器に85g (0.05モル)の2-アミノ-4,6-ジクロロピリミジンと500g (0.1モル)のビス-ポリブタニルサクシンイミド(実施例2の)を加えた。反応混合物を200-220℃に6時間加熱し、この間に塩化水素を放出した。

生成した反応混合物を実施例2と同様に処理した。主として2,4-ジ置換-6-アミノピリミジン相当のものを含むと考えられる残留反応生成物

サクシンイミドから誘導される)を含む反応生成物の収量は565g (理論量の96%以上)であった。分析値は下記の通りである。

計算値：N%, 3.6; 塩基性N%, 2.2; Cl%, 0

実測値：N%, 3.23; 塩基性N%, 1.54; Cl%, 0.32

## 実施例 5

実施例3と同様の手順を用い、シアニルクロライドとアンモニアガスを反応させて製造したアミノクロロトリアジン1-キルと実施例2のビス-ポリブタニルサクシンイミド反応体の2モルを反応させた。

得られた生成物は主として2個のサクシンイミドアミノ置換基をもつたアミノトリアジンから成り、収量は理論量の96%であり、下記の分析値をもつ。

計算: N%, 2.61; 塩基性N%, 1.2

実測: N%, 2.20; 塩基性N%, 0.81

#### 実施例 6

実施例 5 と同じ手順および反応条件を用い、1モルのアミノジクロロトリアジンと分子量 1,300 のポリブタンから誘導したテトラエチレンペンタミンのビス-ポリブタニルサクシニイミド 3 モルを反応させた。置換トリアジン収量は理論量の 95% であり、分析値は下記の通りである。

計算: N%, 3.5

実測: N%, 3.3

#### 実施例 7

適当な反応器に、8g (0.05 モル) の 2-アミノ-4,6-ジクロロピリミジンと 75g のプロセスオイル (精製-精製鉱油) および 140g (

トリクロロピリミジン 3 モルのテトラエチレンペンタミンのビス(アルキルサクタム) (ここにアルキル基は分子量約 900 をもつポリブタン基である) と混合した。

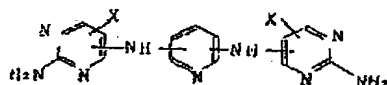
得られた生成物は対応するトリ-置換ピリミジンを含むと考えられる。

#### 実施例 9

実施例 2 と同様の方法により、1モルの 2-アミノ-4,6-ジクロロピリミジンと 2モルのマンニツヒ塩基(分子量約 900)のポリプロピルフェノール、テトラエチレンペンタミンおよびホルムアルデヒドをモル比 2:1:2 で反応させて製造したものを反応させた。得られた生成物はマンニツヒ塩基で置換された対応するアミノピリミジンを含むと考えられる。

#### 特開 昭49-22388 (B)

0.05 モル) のビス-ポリブタニルサクシニイミド(ポリブタン分子量約 900) と混合し 160-170°C で 5 時間加熱した。次いで 4g (0.025 モル) の 2,6-ジアミノピリジンを加え、170-180°C で 1.6 時間加熱を継続した。生成物は実施例 2 に記載の通りに処理した。最終生成物の収量は 21.5g (理論量の 95%) であり、下記構造を有するものと考えられる。



式中 X = ビス(ポリブタニルサクシニイミド)アミノ基

計算値: N%, 2.3; 塩基性N%, 0.75; C%, 0

実測値: N%, 2.48; 塩基性N%, 0.64; C%, 0.02

#### 実施例 8

実施例 2 と同様の方法により 1モルの 2,4,6-

上記実施例に説明した本発明の反応生成物は 1 個またはそれ以上の有用性のある複素環系化合物を有することを示している。ここに使用した構造または命名は主たる成分を表わすと考えられる。また最終反応生成物中には同定しにくい他の成分も存在し、望ましい有用な機能を与えるものと考えられる。

#### 生成物の評価

本発明の添加物は潤滑油中でそれらの有用性を示すための一連の試験を行った。

(1) 洗浄特性を示す試験およびビルピン酸試験は米国特許第 3,368,972 号に記載されている。試験オイルは精製鉱油希釈(210°における SUV, 64.1)と 1 重量% 亜鉛ジアルキルホスホロジチオエートの混合物から成る。このオイルへ



## 特開 昭特-22388 (8)

本発明化合物の重量多を加える。硫酸試験において結果が低ければ低いほど添加剤はすぐれている。ビルビン酸試験においては結果が高ければ高いほど添加剤はすぐれている。試験の結果は下記の通りである。

試験オイル	硫酸試験	ビルビン酸試験
単 酸	0.102	55.6
実施例1生成物	0.002	99.6
2 "	0.006	99.9
3 "	0.004	99.9
4 "	0.004	99.9

(2) 本発明の化合物はまた潤滑油添加剤として酸化安定性または酸化防止剤試験を行った。この試験法は定速で流れる空気と第2の酸化要素および置換酸ガスの定流とを、混合タンク中で混合す

テストの期間は70分である。

このテストの評価はシャフトのアルミニウム被膜上に堆積してくるラッカーのようなオイル酸化-被膜生成物の量に基づいて行なう。

評価は視学的に下記により堆積物を分類して行なう。

1. きれいなアルミニウム表面または極めて微少な堆積物；
2. やや暗色または紅色の表面；
3. 暗色または金色で透明な表面；
4. 中位または褐色で半透明な表面；
5. 濃いまたは褐色で不透明な表面；

および

6. 非常に濃黒または濃褐色でざらざらした表面。

ることからなる。

ガス混合物は硫酸ガラスバブラーを通して次のプレヒーターを通して水を飽和させる。加熱した流れを一定速度で反応器に導入する。

本発明化合物を含む試験オイル混合物試料(120°FにおけるSUVが8.61であることを驗き前試験に用いたものと同様)をプレヒートし、反応器のオイル貯槽に導入する。一定の速さで回転するように取付けたアルミニウムシャフトをオイル貯槽中に浸し、同時にシャフトの若手を水-空気のガス混合物にさらした。シャフトは温度約575°F(300°C)に保持した。かくしてシャフトが回転するにつれて貯槽からのオイルがシャフトを被膜し、次いで空気とオイル蒸気で荷された反応室の上部にさらされ、薄いフィルムとなる。

評価の結果は下記の通りである。

オイル組成	濃度(重量)	評 価
オイルブレンド、添加剤なし	0	4.0, 4.5, 3.7
実施例2に用いたビス-サクシンイミド被膜体	10%	4.5
実施例2生成物	5%	1.0, 1.1
実施例3生成物	5%	1.0
実施例4生成物	5%	1.0
実施例5生成物	6%	1.3

(3) 実施例4のビス-ピリミジン化合物を含むオイルに標準四球式摩耗試験を行った。このテストで52~200ミチールの3個のステールボールをボールカップ中のきまつた場所に把持した。垂直のスピンドル上に定置した第4のボールをこれら3個のボールと接触させて回転する。3個の

特開 昭48-22388(10)

固定ボールに対し第4のボールをささえる刀は置  
み直りに置えられる。試験用潤滑油はボールカン  
プに添加され、回転の減摩剤としてはたらく。

試験の終りにスチールボールを取出し、摩損の  
あとを調べた。

きづ跡 (scar) の程度は生成物の耐摩耗として  
の有効性を示す。全くきづ跡のないのがすくれ  
た耐摩耗を示すことになる。

下記の一連の試験において、40℃および80  
℃の荷重を油温度30.4.0.0℃および50.0℃  
において10時間適用した。ボールの回転速度は  
600 r.p.m.またはすべり速度23.3 cm/sec.で  
ある。オイル媒体は試験油およびビルビン試験  
油に使用したものと同じ鉱油混合物である。

添加剤濃度は5重量%である。

ブレーキ荷重, HP. 19.8

オイル温度, °F 150

ジャケット温度, °F 150

燃料 1%硫黄を含むディーゼル燃料

エンジンは480時間運転し、定期的に評価を  
行つた。これらの評価はピストン堆積物(100  
%が清浄である)、ラッカー欠点(0が清浄であ  
る)およびトップグループパッキング堆積物(0  
が清浄である)より成る。テストの結果は下記の  
通りである。

時 間, hr	120	240	480
ピストン評価	90.9	90.2	82
ラッカー欠点	3.7	4.3	9.6
トップグループ	62.0	68.0	92.0

最終生成物に代えて実施例3のビニルポリブテ

摩 損 率 (%)	摩損スカーラ径 (mm)			
	40℃	400℃	500℃	800℃
単 試	0.745	0.785	0.895	0.908
実施例4生成物	0.531	0.690	0.844	0.807

(4) 実施例3の化合物をカタピラー-Gエンジ  
ンテストにより試験した。このテストに用いたオ  
イル組成物は試験油およびビルビン試験油に使用  
したのと同じ鉱油混合物であり、1.3%のマグネ  
シウムアルキルベンゼン、1.2%の  
ジアルキルホスホロジチオエート、1.0%の  
ポリプロピレン-バリウムホスホスホネートお  
よび2.5%の実施例3の生成物を含む。

テストエンジンは単シリンダー、4-サイクル  
カタピラエンジンであり、上記の条件で運転した。

速度, r.p.m. 1000

ニルサクシンイミド反応体を含む同じ潤滑油処方  
を使用した場合、120時間後のピストン評価は  
84であり、240時間後の評価は68である。  
ラッカー欠点は120時間、240時間に対し夫  
々9.6および21.4であり、トップグループパッ  
キングは夫々3.5および5.1である。

(5) 実施例1の生成物は炭素原子5-9個のカ  
ルボン酸でエステル化したペンタエリスリトール  
から製造したエステル潤滑剤につき酸化試験を行  
つた。この生成物の濃度は2重量%である。

試験オイルに鉄、銅、鉛およびアルミニウムの  
存在下、温度425℃および450℃において酸  
素の流れを受けさせた。試験は24時間実施した。

空気の流速は約10 L/時である。

鉛は酸化腐食をより受け易い金属であるので鉛

試料はこのテストの前および後に計量した。測定は鉛損失(μ)、ASTM-D-974(NN)により測定する中和価および210°Fにおける運動粘度率の変化(KV)について行なう。

テスト試料 NN KV増加率 鉛ロス(μ)

オイル単独	425P	8.25	422	13.8
450P	10.15	1280	19.4	

オイル+実施例1生成物	425P	0.45	73	4.4
450P	1.62	86	14.4	

(6) 本発明の生成物を炭化水素系溶媒中各種濃度において水を溶解する能力の試験を行つた。この特色は水が存在する可能性があり且それにより流体の作用に悪影響を及ぼすような工業用流体を用いる系において特に興味がある。これらの試験目的にはベンゼンまたはノルマンオクタンまたは

この試験は、添加剤が従来の潤滑油添加剤に比してオイルのエマルジョンを形成したりまたは潤滑剤としての有効性を低減することなしに水を溶解する改善された能力を示すことを述べたものである。

かくて本発明による化合物は液体潤滑油およびグリース等工業用流体に多くの異なる有用な機能を提供する。これらの添加剤はまた燃料、自動伝導流体、熱交換流体、金属工作液、切削液および合成樹脂、プラスチック、ペイント被覆物等の分野に有用であろう。

本発明の範囲は前記記載に限定し、特許請求の範囲内において各様の修正、変更を行いうるものである。

特開 昭49-22380(11)

試験を用いる。添加剤試料を含む有機溶媒を水と混合し、24時間振動して攪拌した。次いで水相は少なくとも6000gの遠心機で2時間以上かけ分離した。炭化水素相中の含水量はカールフィッシャー分析により決定した。

添加剤試料5重量多を含む、テスト2のそれにはオイル混合物を1:1の割合でノルマンオクタンと混合した。この混合物試料を等容量の水と混合した。攪拌および分離過程の終りにかける有機相中の、カールフィッシャー分析により決定した水の量は上記の通りである。

添加剤	水(重量%)	炭化水素相中水(重量%)
実施例2生成物	1.00	6.2
実施例3生成物	0.41	2.6
実施例2のサクションミッドポイント0.05		0.18

##### 5. 添付書類の目録

- (1) 委任状及訳文 各1通
- (2) 優先権証明書及訳文 各1通
- (3) 明細書 1通

##### 6. 前記以外の発明者または代理人

###### (1) 発明者

住所 アメリカ合衆国ニュージャージー州 08540,  
プリンストン, リンウッド・サークル47番  
氏名 イスラエル・ジョエル・ハイルウエイル

###### (2) 代理人

住所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
新大手町ビル 206号室  
氏名 (6355) 弁護士 池 永 光 領

特開 昭49-22388 (i2)

平 親 補 正 書

昭和48年7月23日

特許庁長官 三宅 幸夫 殿

## 1. 事件の表示

昭和48年特許願号 45212 号

## 2. 発明の名称

多官能添加剤

## 3. 補正をする者

事件との関係 出願人

住 所

名 称 (740) モービル・オイル・カーボレーション

## 4. 代理人

住 所 東京都千代田区大手町二丁目2番1号  
新大手町ビル 206号室

氏 名 (2770) 弁護士 湯 浅 恭 三

## 5. 補正の対象

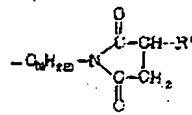
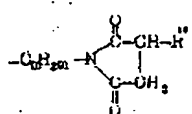
明細書の〔発明の詳細な説明〕の欄

## 6. 補正の内容

別紙の通り

## 6. 補正の内容

(1) 明細書の記載を次の通り訂正する。

頁	行	原記載	訂正後
12	3		
29	4	混向した。	混合した。
33	5	樹学的	複発的
36	3	300° 400°	300℃ 400℃
36	下2	上記の条件	下記の条件
37	8, 14	トンググループ	トンググループ
38	5		
39	下1	ノルマンオクタン	ノルマルオクタン

以 上

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**